

PCT

WELTORGANISATION FÜR GEISTIGES EIGENTUM  
Internationales Büro



INTERNATIONALE ANMELDUNG VERÖFFENTLICHT NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE  
INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT)

<b>(51) Internationale Patentklassifikation <sup>6</sup> :</b> <b>C09C 1/00, C09D 17/00, C09C 3/04,</b> <b>C09D 7/12, 11/00, C08K 9/08</b>		<b>A1</b>	<b>(11) Internationale Veröffentlichungsnummer: WO 98/38253</b>  <b>(43) Internationales</b> <b>Veröffentlichungsdatum:</b> 3. September 1998 (03.09.98)
<b>(21) Internationales Aktenzeichen:</b> PCT/EP98/00850 <b>(22) Internationales Anmeldedatum:</b> 14. Februar 1998 (14.02.98)  <b>(30) Prioritätsdaten:</b> 197 08 167.3      28. Februar 1997 (28.02.97)      DE  <b>(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten ausser US):</b> MERCK PATENT GMBH [DE/DE]; D-64271 Darmstadt (DE).  <b>(72) Erfinder; und</b> <b>(75) Erfinder/Anmelder (nur für US):</b> HECHLER, Man- fred [DE/DE]; Friedhofstrasse 16, D-64686 Lauter- tal-Reichenbach (DE). HERGET, Gerhard [DE/DE]; Potsdamer Strasse 73, D-64372 Ober-Ramstadt (DE). HUSSEINI, Brigitte [DE/DE]; Otto-Hesse-Strasse 4, D-64293 Darmstadt (DE).  <b>(74) Gemeinsamer Vertreter:</b> MERCK PATENT GMBH; D-64271 Darmstadt (DE).		<b>(81) Bestimmungsstaaten:</b> AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, CA, CH, CN, CU, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, GB, GE, GH, HU, ID, IL, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MD, MG, MK, MN, MW, MX, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TR, TT, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZW, ARIPO Patent (GH, GM, KE, LS, MW, SD, SZ, UG, ZW), eurasisches Patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches Patent (AT, BE, CH, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), OAPI Patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, ML, MR, NE, SN, TD, TG).  <b>Veröffentlicht</b> <i>Mit internationalem Recherchenbericht.</i> <i>Vor Ablauf der für Änderungen der Ansprüche zugelassenen</i> <i>Frist. Veröffentlichung wird wiederholt falls Änderungen</i> <i>eintreffen.</i>	
<b>(54) Title:</b> PIGMENT PREPARATION  <b>(54) Bezeichnung:</b> PIGMENTPRÄPARATION  <b>(57) Abstract</b>  The invention relates to a dust-free, homogenous pigment preparation, characterized in that it contains at least 40 weight per cent of one or several nacreous pigments.  <b>(57) Zusammenfassung</b>  Die Erfindung betrifft eine nichtstaubende, homogene Pigmentpräparation, die sich dadurch auszeichnet, daß sie mindesten 40 Gew.% eines oder mehrerer Perlglanzpigmente enthält.			

# **LEDIGLICH ZUR INFORMATION**

Codes zur Identifizierung von PCT-Vertragsstaaten auf den Kopfbögen der Schriften, die internationale Anmeldungen gemäss dem PCT veröffentlichen.

AL	Albanien	ES	Spanien	LS	Lesotho	SI	Slowenien
AM	Armenien	FI	Finnland	LT	Litauen	SK	Slowakei
AT	Österreich	FR	Frankreich	LU	Luxemburg	SN	Senegal
AU	Australien	GA	Gabun	LV	Lettland	SZ	Swasiland
AZ	Aserbaidshan	GB	Vereinigtes Königreich	MC	Monaco	TD	Tschad
BA	Bosnien-Herzegowina	GE	Georgien	MD	Republik Moldau	TG	Togo
BB	Barbados	GH	Ghana	MG	Madagaskar	TJ	Tadschikistan
BE	Belgien	GN	Guinea	MK	Die ehemalige jugoslawische Republik Mazedonien	TM	Turkmenistan
BF	Burkina Faso	GR	Griechenland			TR	Türkei
BG	Bulgarien	HU	Ungarn	ML	Mali	TT	Trinidad und Tobago
BJ	Benin	IE	Irland	MN	Mongolei	UA	Ukraine
BR	Brasilien	IL	Israel	MR	Mauretanien	UG	Uganda
BY	Belarus	IS	Island	MW	Malawi	US	Vereinigte Staaten von Amerika
CA	Kanada	IT	Italien	MX	Mexiko	UZ	Usbekistan
CF	Zentralafrikanische Republik	JP	Japan	NE	Niger	VN	Vietnam
CG	Kongo	KE	Kenia	NL	Niederlande	YU	Jugoslawien
CH	Schweiz	KG	Kirgisistan	NO	Norwegen	ZW	Zimbabwe
CI	Côte d'Ivoire	KP	Demokratische Volksrepublik Korea	NZ	Neuseeland		
CM	Kamerun			PL	Polen		
CN	China	KR	Republik Korea	PT	Portugal		
CU	Kuba	KZ	Kasachstan	RO	Rumänien		
CZ	Tschechische Republik	LC	St. Lucia	RU	Russische Föderation		
DE	Deutschland	LI	Liechtenstein	SD	Sudan		
DK	Dänemark	LK	Sri Lanka	SE	Schweden		
EE	Estland	LR	Liberia	SG	Singapur		

## Pigmentpräparation

Die Erfindung betrifft eine nichtstaubende, homogene Pigmentpräparation, die sich dadurch auszeichnet, daß sie mindestens 40 Gew.% eines oder mehrerer Effektpigmente enthält.

In technischen Prozessen werden Pigmente vielfach nicht als trockene Pulver eingesetzt, da diese stauben, was zu erhöhten Anforderungen im Hinblick auf die Arbeitsplatzsicherheit führt. Weiterhin wird bei der Einbringung von Pulvern in Kunststoffe, Basislacksysteme, etc. vielfach eine Agglomeration des Pigmentpulvers beobachtet. Eine homogene Verteilung des Pigments in der jeweiligen Matrix ist vielfach nur schwer oder aber gar nicht zu erreichen.

Anstelle des Pigmentpulvers werden nicht staubende Pigmentzubereitungen verwendet. Hierbei handelt es sich um

- rieselfähige Pulver, wobei Perlglanzpigmente mit Polymeren beschichtet werden, wie sie z.B. in der DE-PS-2603211 beschrieben sind,
- pigmentierte rieselfähige Pulver mit einem geringen Feuchtegehalt, wie sie z.B. aus der DE-OS-4139993 bekannt sind, oder um
- pigmentierte Pulver mit einem höheren Feuchtegehalt, wobei letztere häufig auch aufgrund ihrer fließfähigen Konsistenz als Pasten bezeichnet werden.

Pasten sind eine technische Alternative zu den trockenen oder angefeuchteten Pulvern, wenn sie folgende Rahmenbedingungen erfüllen:

- fließfähige Konsistenz
- möglichst geringe Dilatanz
- möglichst hoher Pigmentgehalt

Die Komponenten der Zubereitung/Paste sollten dabei so gewählt sein, daß die Zubereitung möglichst gut auf die anderen Komponenten des jeweiligen Beschichtungssystems abgestimmt ist und sich nach der Einbringung leicht homogen verteilt.

5

Neben einer guten Kompatibilität mit den weiteren Bestandteilen des Beschichtungssystems müssen Pigmentzubereitungen eine hohe Stabilität aufweisen, d.h., sie dürfen nicht zur Phasenseparation neigen. Diese Forderung ist besonders wichtig bei Pigmentzubereitungen auf der Basis plättchenförmiger Pigmente, da diese auf Grund ihrer Struktur bei der Phasenseparation zum "Zusammenbacken" neigen und nur schwer wieder aufgerührt werden können. So weist z.B. eine wäßrige Pigmentzubereitung, welche durch Anteigen eines Pulvers aus Perlglanzpigmenten mit Wasser erhalten wird, häufig eine unzureichende Stabilität auf.

10

Wäßrige Pigmentzubereitungen, die schon immer z.B. für Kosmetika benötigt wurden, werden aus Umweltschutzgründen zunehmend auch für andere Applikationen, etwa für die Herstellung von Wasserlacken etc., bedeutsam.

15

Die bisher zur Verwendung in Beschichtungssystemen, insbesondere wäßrigen Systemen, entwickelten Zubereitungen mit Perlglanzpigmenten und Metalleffektpigmenten mit einem Pigmentanteil > 30 Gew.% genügen den beschriebenen Anforderungen nur unzureichend, insbesondere deshalb, da sie zur Scherverdickung neigen.

20

Die Aufgabe der vorliegenden Erfindung bestand daher in der Bereitstellung von Pigmentzubereitungen insbesondere in Form von Pasten, enthaltend mindestens 40 Gew.% an Effektpigmenten, die auch sehr gut in wäßrigen Beschichtungssystemen verwendet werden können, eine hohe Stabilität aufweisen und sich gleichzeitig durch eine hohe Kompatibilität mit den übrigen Komponenten des Beschichtungssystems auszeichnen. Weiterhin soll die erfindungsgemäße Pigmentpräparation auch zur Herstellung von Trockenpräparaten, z.B. in Form von Granulaten, geeignet sein.

25

30

35

Es wurde gefunden, daß diese Aufgabe durch die Bereitstellung der erfindungsgemäßen Pigmentpräparation gelöst werden kann. Gegenstand der Erfindung ist somit eine nichtstaubende, homogene Pigmentpräparation, die

5

- 40 - 60 Gew.% ein oder mehrerer Effektpigmente,
- 0,1 - 5 Gew.% an oberflächenaktiven Substanzen,
- 0,5 - 40 Gew.% an organischen Polymeren,
- 1 - 40 Gew.% eines organischen Lösungsmittels oder

10

Lösungsmittelgemisches,

- 0 - 50 Gew.% Wasser und gegebenenfalls
- 0 - 10 Gew.% eines pH-Reglers

enthält.

15

Die erfindungsgemäße Präparation ist in Abhängigkeit vom Feuchtegehalt eine fließfähige Paste, die sich sehr gut zur Herstellung von Trockenpräparaten, z.B. Granulate, Pellets, Briketts, eignet. Die aus der erfindungsgemäßen Pigmentzubereitung hergestellten Trockenpräparate sind ebenfalls Gegenstand der Erfindung.

20

Als Perlglanzpigmente werden Pigmente auf der Basis plättchenförmiger, transparenter oder semitransparenter Substrate aus z.B. Schichtsilikaten, wie etwa Glimmer, synthetischen Glimmer, Talkum, Sericit, Kaolin, aus

25 Glas oder anderen silikatischen Materialien verwendet, die mit farbigen oder farblosen Metalloxiden wie z. B.  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ,  $\text{SnO}_2$ ,  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ ,  $\text{ZnO}$ ,  $\text{CuO}$ ,  $\text{NiO}$  und anderen Metalloxiden allein oder in Mischung in einer einheitlichen Schicht oder in aufeinanderfolgenden Schichten. Diese Pigmente sind z.B. aus den deutschen Patenten und Patentanmeldungen

30 14 67 468, 19 59 998, 20 09 566, 22 14 454, 22 15 191, 22 44 298, 23 13 331, 25 22 572, 31 37 808, 31 37 809, 31 51 343, 31 51 354, 31 51 355, 32 11 602, 32 35 017 und P 38 42 330 bekannt und im Handel erhältlich, z.B. unter der Marke Iriodin® der Fa. Merck KGaA, Darmstadt, BRD. Besonders bevorzugte Pigmentpräparationen enthalten  $\text{TiO}_2$ /Glimmer-,

35  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ /Glimmer- und/oder  $\text{TiO}_2$ / $\text{Fe}_2\text{O}_3$ -Glimmerpigmente.

Geeignete Metalleffektpigmente sind alle dem Fachmann bekannten plättchenförmigen Substrate, wie z.B. Aluminiumplättchen oder metalloxidbeschichtete Aluminiumplättchen, wie sie z.B. von der Fa. Eckart-Werke, Fürth, vertrieben werden.

5

Die erfindungsgemäßen Pigmentpräparationen können ein oder mehrere Effektpigmente enthalten. Vielfach können durch die Verwendung von mindestens zwei verschiedenen Perlglanzpigmenten besondere Farb- und Glanzeffekte erzielt werden. Die Pigmentpräparation kann auch ein

10 Gemisch aus Perlglanz- und Metallpigment sein. Das Mischungsverhältnis liegt dann vorzugsweise bei 10:1, insbesondere bei 1:1. Bevorzugte Pigmentpräparationen enthalten ein oder mehrere Perlglanzpigmente.

15

Die erfindungsgemäße Pigmentpräparation enthält vorzugsweise 40 - 60 Gew.% an Effektpigmenten, insbesondere 45 - 60 Gew.%. Ganz besonders bevorzugt sind Pigmentpräparationen mit einem Gehalt an Effektpigmenten von mehr als 50 Gew.%.

20

Geeignete oberflächenaktive Substanzen sind insbesondere solche, die eine hydrophobe Molekülseitenkette enthalten, wie z.B. Alkylsilane, die auch eine weitere funktionelle Gruppe enthalten können, ungesättigte oder gesättigte Fettsäuren oder Fluortenside. Insbesondere bevorzugt werden Silanverbindungen der Formel  $(C_nH_{2n+1})Si(OC_mH_{2m+1})_3$ , worin n 1-30 und m 1-10 bedeutet, als oberflächenaktive Substanzen eingesetzt. Geeignete

25 Silanverbindungen sind beispielsweise n-Hexyldecyl-triethoxy-silan und n-Octyldecyl-triethoxy-silan (Si 116 bzw. Si 118 der Degussa AG, Frankfurt, BRD) sowie die entsprechenden Fluoralkylsilane.

30

Ferner werden als oberflächenaktive Substanzen die gesättigten und ungesättigten Fettsäuren, wie z.B. Capronsäure, Caprylsäure, Caprinsäure, Laurinsäure, Myristinsäure, Palmitinsäure, Stearinsäure, Ölsäure, Linolsäure sowie Fettsäuregemische eingesetzt.

35

Geeignete Fluortenside bestehen aus einer längeren perfluor- oder teilfluorierten Alkylkette und einer hydrophilen oder organophilen Kopfgruppe, wie z. B. eine Polyoxyethylen-, Carboxyl- oder Sulfongruppe.

Sie sind kationisch, nicht-ionisch oder anionisch aufgebaut. Es kommen insbesondere Fluortenside zum Einsatz, die unter den Handelsnamen FLUORAD FC430 bzw. FC431 (Fa. 3M) und Borchigol FT448 (Fa. Borchers, Düsseldorf, BRD) vertrieben werden.

5

Vorzugsweise enthält die Pigmentpräparation ein Silan, ein Tensid oder eine Fettsäure. Bei dem oberflächenaktiven Reagenz kann es sich auch um ein Gemisch aus Silan, Fettsäuren und/oder Tensiden handeln. Der Anteil aller Verbindungen in der Präparation sollte allerdings 5 Gew.%, vorzugsweise 2 Gew.%, nicht überschreiten.

10

Die Pigmentpräparationen enthalten 0,1 bis 5 Gew.%, vorzugsweise 0,2 bis 3 Gew.% und insbesondere 0,5 bis 2 Gew.% an oberflächenaktiven Substanzen.

15

Als dritte zwingende Komponente enthält die erfindungsgemäße Pigmentpräparation 0,5 bis 40 Gew.%, vorzugsweise 1 bis 15 Gew.%, insbesondere 2 bis 10 Gew.% eines organischen Polymers oder Polymerengemisches.

20

Als organische Polymere kommen Verdickungsmittel, Dispergiermittel und/oder Bindemittelharze in Frage, wie sie üblicherweise den Farben und Lacken zugesetzt werden, wie sie z.B. in Karsten, Lackrohstofftabellen, 8. Auflage 1987, aufgeführt werden. Als Bindemittel kommen alle üblicherweise für Druckfarben in Frage kommenden Bindemittel bzw. Bindemittelgemische in Betracht, soweit diese gleich oder zumindest verträglich mit dem jeweils zum Einsatz kommenden Bindemittelsystem der Druckfarbe sind. Somit können Bindemittel auf der Basis von Cellulose, Polyacrylat-, Polymethacrylat, Alkyd-, Polyester-, Polyphenol-, Harnstoff-, Melamin-, Polyterpen-, Polyvinyl-, Polyvinylchlorid-, Polyvinylpyrrolidon-Harzen, Polystyrolen, Polyolefinen, Cumaron-Inden-, Kohlenwasserstoff-, Keton-, Aldehyd-, Aromaten-Formaldehyd-Harzen, Carbamidsäure-, Sulfonamid-, Epoxid-Harzen, Polyurethanen und/oder natürlichen Ölen oder Derivaten der genannten Substanzen eingesetzt werden. Eine besonders gute Redispergierbarkeit der erfindungsgemäßen Perlglanzpigment-Präparation hat sich gezeigt, wenn als Bindemittel

25

30

35

Cellulose bzw. Celluloseverbindungen eingesetzt werden. Cellulose bzw. Celluloseverbindungen führen ersichtlich zu einer intensiven Vorbenetzung der Perlglanzpigment-Teilchen und ergeben damit ein Druckfarben-Vorprodukt, das sich wiederum in einer damit verträglichen Bindemittel-Lösung bei der Herstellung der Druckfarbe rasch dispergieren läßt. Dies gilt insbesondere für die Vorbenetzung mit Celluloseverbindungen, da diese offenbar einerseits die Bindung der an die Teilchen des Perlglanzpigments, andererseits die Bildung der Paste unterstützen, aus der durch Kompaktieren die Präparation in Teilchenform erzeugt wird.

Zu der Gruppe der Cellulose bzw. Celluloseverbindungen, die sich als besonders für das erfindungsgemäße Verfahren eignen, zählen Cellulosenitrat, Alkylcellulose, Hydroxycellulose, Hydroxialkylcellulose und Celluloseacetobutyrat. Bevorzugte organische Polymere sind weiterhin Polyacrylsäure-Derivate.

Geeignete Verdickungsmittel sind insbesondere solche, die die Dilatanz mindern, ohne gleichzeitig stark verdickend auf die Perlglanzzubereitung zu wirken, wie z.B. Acryl-Methacrylsäure-Polymerisate.

Die Auswahl des Bindemittels richtet sich nach den technologischen Anforderungen der zu erzeugenden Beschichtung. So können übliche Lackbindemittel, wie z.B. Polyurethan-Acrylat-Harze, Acrylat-Melamin-Harze, Alkydharze, Polyesterharze, Polyurethane, Acrylatharze oder Epoxidharze sowie deren Gemische als Bindemittel eingesetzt werden. Weiterhin geeignet sind Nitrocellulose, Celluloseacetopropionat, -butyrat, Ketonharze, Aldehydharze sowie Polyvinylbutyral.

Die Lösemittelkomponente in der erfindungsgemäßen Pigmentpräparation muß auf das jeweilige Bindemittel fachgemäß abgestimmt werden. Bei der Herstellung können alle organischen Lösemittel, vorzugsweise solche die mit Wasser emulgierbar oder mischbar sind, eingesetzt werden. Geeignete Lösemittel sind z.B. aromatische Lösungsmittel, z.B. Toluole, Benzine, Mineralöle, Kohlenwasserstoffe, Ester, pflanzliche Öle, einwertige aliphatische Alkohole, wie solche mit 2 bis 4 Kohlenstoffatomen, z.B. Ethanol, Butanol oder Isopropanol oder Ketone, z.B. Aceton oder



5 Methylethylketon oder Glykoether, wie z.B. Propylenglycolmonoethylether, Propylenglycolmonoethylether oder Diole, wie z.B. Ethylenglykol und Propylenglykol oder Polyetherdiole, wie z.B. Polyethylenglykol und Polypropylenglykol, oder Polyole, wie z.B. alipathische Triole und Tetrole  
10 mit 2 bis 6 Kohlenstoffatomen, wie Trimethylolethan, Trimethylolpropan, Glycerin, 1,2,4-Butantriol, 1,2,6-Hexantriol und Pentaerythrit, sowie alle anderen Lösemittel anderer Verbindungsklassen bzw. der Gemische der vorgenannten Lösemittel. Vorzugsweise werden solche Lösemittel eingesetzt, die in Karsten, Lackrohstofftabellen, 8. Auflage 1987,  
15 aufgelistet sind. Insbesondere werden solche Lösungsmittel verwendet, die mit Wasser unbeschränkt mischbar sind.

Die erfindungsgemäße Pigmentpräparation enthält 1 bis 40 Gew.% eines organischen Lösemittels bzw. Lösemittelgemisches, vorzugsweise 5 bis 35  
20 Gew.%, insbesondere 10 bis 30 Gew.%.

Vorzugsweise enthält die Pigmentpräparation als weitere Komponente 0 bis 50 Gew.% Wasser, vorzugsweise 5 bis 40 Gew.%, insbesondere 10 bis 30 Gew.%.

20 Abhängig von der Art des zugesetzten organischen Polymers ist der Zusatz von Neutralisationsmitteln erforderlich, aber auch unabhängig davon hat es sich bei der Herstellung der Pigmentpräparation häufig als vorteilhaft erwiesen, der Präparation einen pH-Regler zuzusetzen. Ge-  
25 eignet sind insbesondere die auf dem Lacksektor üblichen Basen, wie z.B. Harnstoff, Harnstoffderivate, Ammoniak, Aminoalkohole, Alkalihydroxide, wie z.B. KOH oder NaOH, Amine, wobei es sich bevorzugt um flüchtige organische niedermolekulare Amine handelt. Der pH-Wert kann auch  
30 durch die Zugabe von Mineralsäuren, wie z. B.  $H_2SO_4$ , HCl,  $HNO_3$ , oder organische Carbonsäuren, wie z. B. Essigsäure, auf den gewünschten pH-Wert eingestellt werden.

Die Base bzw. Säure wird in einer derartigen Menge zugegeben, daß der pH-Wert der Präparation bei etwa 7,5 bis 10, vorzugsweise bei 7,5 bis 9,  
35 liegt.

In der Regel enthält die erfindungsgemäße Pigmentpräparation 0 bis 10 Gew.% eines pH-Reglers, vorzugsweise 1 bis 7 Gew.%, insbesondere 1,5 bis 3 Gew.%.

5 Der erfindungsgemäßen Pigmentpräparation können während oder nach der Herstellung weitere übliche Additive zugesetzt werden, wie z.B. Entschäumer, Netzmittel, Antiabsetzmittel, Verlaufsmittel, Sikkative oder Thixotropiermittel. Es handelt sich hierbei um in der Lackindustrie übliche  
10 Hilfsstoffe, die in der erfindungsgemäßen Pigmentpräparation in einer Menge von 0 bis 10 Gew.% enthalten sein können.

Die Herstellung der erfindungsgemäßen Pigmentpräparation erfolgt einfach dadurch, daß zu dem Effektpigment bzw. Effektpigmentgemisch, das Lösemittel, die oberflächenaktiven Substanzen, das organische  
15 Polymer bzw. Polymerengemisch gleichzeitig oder nacheinander hinzugegeben werden, und daß diese Mischung in einem Mischgerät, insbesondere einem Dispermaten, schonend homogenisiert wird.

Vorzugsweise wird das Pigment vorgelegt und zunächst unter Rühren mit dem Lösemittel enthaltend die oberflächenreaktive Substanz angeteigt;  
20 anschließend erfolgt die Zugabe einer weiteren Lösung bestehend aus Lösemittel und organischem Polymer. Gegebenenfalls kann an dieser Stelle bereits eine erste Trocknungsstufe eingeschaltet sein, wobei die Trocknungstemperatur zwischen 80° und 150° liegen kann. Bei Bedarf  
25 erfolgt abschließend die Zugabe weiterer lacktypischer Hilfsmittel.

Bei der erhaltenen erfindungsgemäßen Pigmentpräparation handelt es sich um gut fließfähige Pasten mit einem relativ hohem Gehalt an Perlglanzpigmenten. Aufgrund des geringen Gewichtsanteils an  
30 organischen Komponenten ist die erfindungsgemäße Pigmentpräparation gut kompatibel mit handelsüblichen System, sowohl auf wäßriger als auch auf Lösemittelbasis und sowohl für hydrophile als auch für hydrophobe Medien hervorragend geeignet. Weiterhin zeichnet sich die Präparation durch ihre Staubfreiheit, die gute Dispergierbarkeit und Redispergier-  
35 barkeit, eine hohe Lagerstabilität und eine gute Verarbeitbarkeit aus und ist somit herkömmlichen Pigmentpräparationen deutlich überlegen.

Die fließfähige Pigmentpräparation ist sehr gut geeignet für die Befüllung von Tuben sowie zum Strangpressen. Zur Herstellung von Trockenpräparaten wird die erfindungsgemäße Pigmentpräparation stranggepreßt oder auf anderen dem Fachmann bekannten Wegen in Granulatform verdichtet und gegebenenfalls anschließend getrocknet. Der Trocknungsprozeß findet in der Regel bei Temperaturen von 20 °C bis 150 °C und dauert zwischen 0,5 und 4 h und kann ggf. unter reduziertem Druck erfolgen. Zuletzt wird das gegebenenfalls Trockenpräparat zerkleinert. Die so erhaltenen Granulate sind ebenfalls nichtstaubend. Die Lagerung und der Transport der Trockenpräparate sind somit weniger eingeschränkt und daher sehr unproblematisch. Die Trockenpräparate besitzen den weiteren Vorteil, daß sie mit wenig oder keiner Flüssigkeit beladen sind und damit noch besser in Formulierungen eingearbeitet werden können.

Die erfindungsgemäße Präparation als Paste oder als Trockenpräparat kann für vielfältige Anwendungen verwendet werden. Bevorzugt wird sie in Beschichtungssystemen aus den Bereichen Druck, Lack und Farbe eingesetzt. Besonders bevorzugt wird die Präparation auf beliebige Substratmaterialien, beispielsweise Metalle wie Eisen, Stahl, Aluminium, Kupfer, Bronze, Messing sowie Metallfolien aber auch metallüberzogene Oberflächen von Glas, Keramik und Beton, als auch auf Holz, z.B. Möbel, Ton, Textil, Papier, Verpackungsmaterialien, z.B. Kunststoffbehälter, Folien oder Pappen, oder auf anderen Materialien zu dekorativen und/oder schützenden Zwecken aufgebracht. Ein weiteres wichtiges Applikationsgebiet sind daneben auch Wasserlacke.

Gegenstand der Erfindung ist somit auch die Verwendung der Pigmentpräparation in Formulierungen wie Farben, Lacken, Druckfarben und Kunststoffen.

Die nachfolgenden Beispiele sollen die Erfindung näher erläutern, ohne sie jedoch zu beschränken.

## Beispiele

### Beispiel 1

5 490 g Iriodin 103 Rutil Sterling Silver ( $\text{TiO}_2$ -Glimmerpigment mit einer  
Teilchengröße von 10 bis 50  $\mu\text{m}$  der Fa. Merck KGaA, Darmstadt, BRD)  
werden in 30 ml VE-Wasser (mit Essigsäure auf  $\text{pH} = 4$  eingestellt)  
suspendiert und zweimal 15 Minuten bei 2000 Upm an einem Dispermaten  
homogenisiert. Nach Zugabe von 30 g Ethanol und 10 g Si 118  
10 (Fa. Degussa, BRD) wird die Suspension fünfmal 4 Minuten bei 2000 Upm  
homogenisiert. Das Pigment wird ausgetragen und 3,5 h bei 140 °C  
getrocknet.

Das Produkt wird durch ein 50  $\mu\text{m}$  Sieb gegeben und anschließend  
15 homogen in 600 g einer Lösung bestehend aus 96,7 g Rohagit SD 15 (ein  
Polyacrylat der Fa. Röhm, Darmstadt, BRD), 203 g VE-Wasser und 300 g  
Ethanol eingetragen und mit 1,25 g Ammoniak (ca. 25 Gew.%) unter  
Rühren versetzt. Man erhält eine gut fließfähige Paste, die sich leicht aus  
einer Tube pressen läßt. Der Pigmentgehalt beträgt 44,5 Gew.%.  
20

### Beispiel 2

323 g Iriodin 103 Rutil Sterlin Silver ( $\text{TiO}_2$ -Glimmerpigment mit einer  
Teilchengröße von 10 bis 50  $\mu\text{m}$  der Fa. Merck KGaA, Darmstadt, BRD)  
25 werden mit 20 g VE-Wasser (mit Essigsäure auf  $\text{pH} = 4$  eingestellt)  
versetzt und zweimal 15 Minuten bei 2000 Upm an einem Dispermaten  
homogenisiert. Nach Zugabe von 7 g Si 118 (Fa. Degussa, BRD) und 20 g  
Ethanol noch fünfmal 4 Minuten bei 2000 Upm homogenisiert. Das  
Pigment wird ausgetragen und 3,5 h bei 140 °C getrocknet. Das Produkt  
30 wird durch ein 50  $\mu\text{m}$  Sieb gegeben und anschließend homogen in 330 g  
einer Lösung bestehend aus 5 g Moviol CMB0 5500 (Polyethylenglycol der  
Fa. Hoechst AG, BRD), 163 g VE-Wasser und 167 g Ethanol eingetragen.  
Man erhält eine gut fließfähige Paste, die sich leicht aus einer Tube  
pressen läßt. Der Pigmentgehalt beträgt 48,6 Gew.%.  
35

Beispiel 3

5 666 g Iriodin 123 Hellglanzsatin ( $\text{TiO}_2$ -Glimmerpigment mit einer  
Teilchengröße von 5 bis 20  $\mu\text{m}$  der Fa. Merck KGaA, Darmstadt, BRD)  
werden mit 42 g VE-Wasser (mit Essigsäure auf  $\text{pH} = 4$  eingestellt)  
versetzt und zweimal 15 Minuten bei 2000 Upm an einem Dispermaten  
homogenisiert. Nach Zugabe von 14 g Si 118 (Fa. Degussa, BRD) und  
42 g Ethanol wird fünfmal 4 Minuten bei 2000 Upm homogenisiert. Das  
10 Pigment wird ausgetragen und 3,5 h bei 140 °C getrocknet. Das Produkt  
wird durch ein 50  $\mu\text{m}$  Sieb gegeben und anschließend homogen in 600 g  
einer Lösung bestehend aus 104 g Rohagit SD 15 (Fa. Röhm, Darmstadt,  
BRD), 196 g VE-Wasser und 300 g Ethanol eingetragen und mit 1,8 g  
Ammoniak ( $c = 25\%$ ) unter Rühren versetzt. Man erhält eine gut  
fließfähige Paste, die sich leicht aus einer Tube pressen läßt. Der  
15 Pigmentgehalt beträgt 52 Gew.%.

Beispiel 4

20 594 g Iriodin 103 Rutil Sterling Silver ( $\text{TiO}_2$ -Glimmerpigment der  
Teilchengröße von 10 bis 50  $\mu\text{m}$  der Fa. Merck KGaA, Darmstadt, BRD)  
werden mit 50 g VE-Wasser und 12 g FC 129 (Fa. 3M) versetzt und  
viermal 5 Minuten bei 800 Upm an einem Dispermaten homogenisiert. Das  
Pigment wird ausgetragen und 5 h bei 80 °C getrocknet. Das Produkt wird  
durch ein 50  $\mu\text{m}$  Sieb gegeben und anschließend homogen in 600 g einer  
25 Lösung bestehend aus 96,7 g Rohagit SD 15 (Fa. Röhm, Darmstadt,  
BRD), 203 g VE-Wasser und 300 g Ethanol eingetragen und mit 1,25 g  
Ammoniak ( $c = 25\%$ ) unter Rühren versetzt. Man erhält eine gut  
fließfähige Paste, die sich leicht aus einer Tube pressen läßt. Der  
Pigmentgehalt beträgt 49,5 Gew.%

30

35

### Patentansprüche

1. Nichtstaubende homogene Pigmentpräparation, dadurch gekennzeichnet, daß sie

- 40 - 60 Gew.% ein oder mehrerer Effektpigmente,
- 0,1 - 5 Gew.% an oberflächenaktiven Substanzen,
- 0,5 - 40 Gew.% an organischen Polymeren,
- 1 - 40 Gew.% eines organischen Lösungsmittels oder Lösungsmittelgemisches,
- 0 - 50 Gew.% Wasser und gegebenenfalls
- 0 - 10 Gew. % eines pH-Reglers

enthält.

2. Nichtstaubende homogene Pigmentpräparation nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Effektpigment ein Perlglanzpigment und/oder ein Metallpigment ist.
3. Nichtstaubende homogene Pigmentpräparation nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß das Perlglanzpigment ein  $\text{TiO}_2$ /Glimmer- und/oder  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ -Glimmerpigment ist.
4. Nichtstaubende homogene Pigmentpräparation nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß das Metalleffektpigment Aluminiumplättchen oder metalloxidbeschichtete Aluminiumplättchen sind.
5. Nichtstaubende homogene Pigmentpräparation nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß die oberflächenaktive Substanz ein Alkylsilan, eine gesättigte oder ungesättigte Fettsäure und/oder ein Fluortensid ist.
6. Nichtstaubende homogene Pigmentpräparation nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß das organische Polymer ein Polyacrylsäure-Derivat ist.

- 5
7. Nichtstaubende homogene Pigmentpräparation nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß als pH-Regler Ammoniak oder Harnstoff eingesetzt wird.
- 10
8. Nichtstaubende homogene Pigmentpräparation nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß sie als zusätzliche Komponenten Entschäumer, Netzmittel, Antiabsetzmittel, Verlaufsmittel, Sikkative und/oder Thioxotropiermittel enthalten kann.
- 15
9. Verwendung der Pigmentpräparation nach Anspruch 1 zur Herstellung von Trockenpräparaten, dadurch gekennzeichnet, daß die Präparation stranggepreßt, gegebenenfalls anschließend getrocknet und zuletzt pelletiert wird.
- 20
10. Trockenpräparation hergestellt aus der nichtstaubenden homogenen Pigmentpräparation nach Anspruch 1, indem die Pigmentpräparation stranggepreßt, gegebenenfalls anschließend getrocknet und zuletzt pelletiert wird.
- 25
11. Verwendung der Pigmentpräparation nach Anspruch 1 in Formulierungen wie Farben, Lacken, Druckfarben und Kunststoffen.
- 30
- 35

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/EP 98/00850

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

IPC 6 C09C1/00 C09D17/00 C09C3/04 C09D7/12 C09D11/00  
C08K9/08

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 6 C09C C09D C08K

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
P.X	EP 0 803 552 A (ECKART-WERKE STANDARD BRONZEPULVER-WERKE CARL ECKART GMBH & CO.) 29 October 1997 see column 2, line 6-15; claims 1-14.16 ---	1-4.6. 9-11
X	EP 0 240 367 A (TOYO ALUMINIUM) 7 October 1987 see page 3, line 64 - page 4, line 31; claim 1 ---	1,2,4.5, 8,11
A	EP 0 256 418 A (MERCK PATENT) 24 February 1988 see claim 1 --- -/--	1.11

☒ Further documents are listed in the continuation of box C.

☒ Patent family members are listed in annex.

### Special categories of cited documents:

- "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- "E" earlier document but published on or after the international filing date
- "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

"3" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

30 June 1998

Date of mailing of the international search report

09/07/1998

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl.  
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Van Bellingen, I



# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Publication No.

PCT/EP 98/00850

## C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
P,A	US 5 618 342 A (G. HERGET ET AL.) 8 April 1997 see claim 1 & DE 41 39 993 A (MERCK PATENT) cited in the application ---	1
A	US 5 104 922 A (D. C. K. CHANG) 14 April 1992 see the whole document ---	1,2,4,6, 7,11
A	FR 2 354 300 A (ASAHI KASEI KOGYO) 6 January 1978 see claims 1,8 -----	1,4

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/EP 98/00850

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
EP 803552	A	29-10-1997	DE 19616287 A	30-10-1997
			AU 1892797 A	30-10-1997
			CA 2202231 A	24-10-1997
			JP 10036734 A	10-02-1998
EP 240367	A	07-10-1987	CA 1287201 A	06-08-1991
			JP 1950267 C	10-07-1995
			JP 6080152 B	12-10-1994
			JP 63054475 A	08-03-1988
			US 4869754 A	26-09-1989
EP 256418	A	24-02-1988	DE 3627329 A	18-02-1988
			FI 873479 A,B	13-02-1988
			JP 2554889 B	20-11-1996
			JP 63046266 A	27-02-1988
			US 4814020 A	21-03-1989
US 5618342	A	08-04-1997	DE 4139993 A	09-06-1993
			CN 1087656 A	08-06-1994
			CZ 9401366 A	15-12-1994
			DE 59206969 D	26-09-1996
			WO 9311199 A	10-06-1993
			EP 0615536 A	21-09-1994
			FI 942626 A	27-07-1994
			JP 7501839 T	23-02-1995
			MX 9206937 A	01-06-1993
US 5104922	A	14-04-1992	CA 2053755 A	23-04-1992
FR 2354300	A	06-01-1978	JP 1140912 C	24-03-1983
			JP 52149282 A	12-12-1977
			JP 57034229 B	21-07-1982
			AT 371090 B	25-05-1983
			CA 1065903 A	06-11-1979
			DE 2726036 A	22-12-1977
			GB 1576634 A	08-10-1980
			SE 426692 B	07-02-1983
			SE 7706597 A	09-12-1977
			US 4138270 A	06-02-1979

PCT/EP 98/00850

IPK 6 C09C1/00 C09D17/00 C09C3/04 C09D7/12 C09D11/00  
C08K9/08

IPK 6 C09C C09D C08K

Kategorie	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
-----------	--	--------------------

A	EP 0 256 418 A (MERCK PATENT) 24. Februar 1988 siehe Anspruch 1	1.11
---	--	------

- / - -

Van Bellingen, I

## C.(Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
P.A	US 5 618 342 A (G. HERGET ET AL.) 8.April 1997 siehe Anspruch 1 & DE 41 39 993 A (MERCK PATENT) in der Anmeldung erwähnt ---	1
A	US 5 104 922 A (D. C. K. CHANG) 14.April 1992 siehe das ganze Dokument ---	1,2,4,6, 7.11
A	FR 2 354 300 A (ASAHI KASEI KOGYO) 6.Januar 1978 siehe Ansprüche 1,8 -----	1.4

# INTERNATIONALER RESEARCHBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen die zur selben Patentfamilie gehören

Internationale Anzeichen

PCT/EP 98/00850

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
EP 803552 A	29-10-1997	DE 19616287 A	30-10-1997
		AU 1892797 A	30-10-1997
		CA 2202231 A	24-10-1997
		JP 10036734 A	10-02-1998
EP 240367 A	07-10-1987	CA 1287201 A	06-08-1991
		JP 1950267 C	10-07-1995
		JP 6080152 B	12-10-1994
		JP 63054475 A	08-03-1988
		US 4869754 A	26-09-1989
EP 256418 A	24-02-1988	DE 3627329 A	18-02-1988
		FI 873479 A,B	13-02-1988
		JP 2554889 B	20-11-1996
		JP 63046266 A	27-02-1988
		US 4814020 A	21-03-1989
US 5618342 A	08-04-1997	DE 4139993 A	09-06-1993
		CN 1087656 A	08-06-1994
		CZ 9401366 A	15-12-1994
		DE 59206969 D	26-09-1996
		WO 9311199 A	10-06-1993
		EP 0615536 A	21-09-1994
		FI 942626 A	27-07-1994
		JP 7501839 T	23-02-1995
		MX 9206937 A	01-06-1993
US 5104922 A	14-04-1992	CA 2053755 A	23-04-1992
FR 2354300 A	06-01-1978	JP 1140912 C	24-03-1983
		JP 52149282 A	12-12-1977
		JP 57034229 B	21-07-1982
		AT 371090 B	25-05-1983
		CA 1065903 A	06-11-1979
		DE 2726036 A	22-12-1977
		GB 1576634 A	08-10-1980
		SE 426692 B	07-02-1983
		SE 7706597 A	09-12-1977
		US 4138270 A	06-02-1979

